Lời nói đầu

TCVN 8560:2010 được chuyển đổi từ 10 TCN 309- 2004 theo qui định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 8560:2010 do Viện Thổ nhưỡng Nông hoá biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phân bón – Phương pháp xác định kali hữu hiệu

Fertilizers – Method for determination of available potassium

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn quy định phương pháp xác định kali hữu hiệu của các loại phân bón có chứa kali bao gồm phân kali khoáng (khoáng đơn, khoáng hỗn hợp, khoáng phức hợp) và phân có chứa cả chất hữu cơ và kali (phân hữu cơ, hữu cơ vi sinh, hữu cơ sinh học, hữu cơ khoáng, than bùn).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851-89 (ISO 3696- 1987), *Nước dùng cho phân tích trong phòng thí nghiệm- Yêu cầu kỹ thuật.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 "Kali hữu hiệu" trong phân bón là phần kali hoà tan trong môi trường axit HCl 0,05 N. có khả năng cung cấp ngay cho cây trồng.

3.2 Với phân có chứa cả hữu cơ và kali (phân hữu cơ, hữu cơ sinh học, hữu cơ vi sinh, hữu cơ khoáng, than bùn...): kali hữu hiệu nhỏ hơn kali tổng số.

3.3 Với phân kali khoáng (KCl, K_2SO_4, phân hỗn hợp NPK, NPKS, NK, PK, $K_2SO_4.2MgSO_4$, KNO_3, KH_2PO_4): kali hữu hiệu là kali tổng số.

4 Nguyên tắc

Hoà tan (chiết) kali trong phân bón bằng dung dịch HCl 0,05 N, sau đó xác định kali trong dung dịch mẫu bằng quang kế ngọn lửa.

5 Thuốc thử

Hoá chất sử dụng để pha các chất chuẩn đạt loại tinh khiết hoá học, hoá chất sử dụng để phân tích đạt loại tinh khiết phân tích.

5.1 Nước cất, TCVN 4851-89.

5.2 Dung dịch axit clohydric (HCl) 0,05 N (pha từ dung dịch tiêu chuẩn HCl 1 N).

5.3 Dung dịch tiêu chuẩn kali 1000 mg K/l:

Cân 1,9067 g kali clorua (KCl) đã sấy khô ở 105 °C để nguội trong bình hút ẩm vào cốc, thêm 100 ml dung dịch HCl 0,1 N, khuấy tan, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, dung dịch này có nồng độ 1000 mg K/l. Bảo quản kín ở 20 °C.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ như sau:

6.1 Máy quang kế ngọn lửa.

6.2 Tủ sấy, nhiệt độ 200 °C ± 1 °C.

6.3 Cân phân tích, độ chính xác 0,0002 g.

6.4 Rây, đường kính lỗ 2 mm.

6.5 Bình định mức, dung tích 50; 100; 1000 ml.

6.6 Phễu lọc, đường kính 8 mm.

6.7 giấy lọc thông thường.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

7.1 Mẫu đem đến phòng thí nghiệm được đảo trộn đều, trải phẳng trên khay nhựa hoặc tấm nilông, lấy mẫu trung bình theo phương pháp đường chéo góc, trộn đều, lấy hai phần đối diện và loại bỏ dần cho đến khi còn khoảng 500 g.

7.2 Chia mẫu trung bình thành hai phần bằng nhau, cho vào hai túi PE buộc kín, ghi mã số phân tích, ngày, tháng, tên mẫu và các thông tin cần thiết, một phần làm mẫu lưu, một phần làm mẫu phân tích.

7.3 Nghiền mịn mẫu rồi qua rây có đường kính lỗ 2 mm, trộn đều làm mẫu phân tích.

7.4 Các mẫu có ẩm độ cao có thể cân một lượng mẫu xác định, sấy khô ở nhiệt độ 70 °C, xác định độ ẩm, nghiền mịn mẫu khô qua rây có đường kính lỗ 2 mm làm mẫu phân tích. Lưu ý khi tính kết quả phải nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.

7.5 Các mẫu không thể xử lý theo (7.3) và (7.4) có thể lấy một lượng mẫu khoảng 20 g, nghiền thật mịn làm mẫu phân tích.

8 Cách tiến hành

8.1 Phân huỷ mẫu

8.1.1 Cân 2 g ± 0,001 g mẫu đã được xử lý theo (7.3) hay (7.4), (7.5) cho vào bình tam giác dung tích 250 ml.

8.1.2 Thêm 100 ml dung dịch HCl 0,05 N lắc 30 min.

8.1.3 Chuyển vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm dung dịch HCl 0,05 N đến vạch định mức, lắc đều, để lắng hoặc lọc qua phễu lọc khô, được dung dịch A để xác định kali.

8.2 Phương pháp đo kali

8.2.1. Kiểm tra máy quang kế ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị. Khởi động máy trước khi đo ít nhất 15 min cho máy ổn định.

8.2.2. Lập thang chuẩn và đồ thị đường chuẩn kali:

8.2.2.1 Pha loãng dung dịch tiêu chuẩn kali 1000 mg K/l thành dung dịch kali 100 mg K/l.

8.2.2.2 Sử dụng 7 bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số ml dung dịch kali 100 mg K/l theo bảng 1.

Bảng 1- Hướng dẫn pha thang chuẩn

Nồng độ dung dịch kali (Từ 0 mg K/l đến 80 mg K/l)	**Số ml dung dịch tiêu chuẩn 100 mg K/l cho vào mỗi bình định mức dung tích 100 ml**
00,0	0,0
05,0	5,0
10,0	10,0
20,0	20,0
40,0	40,0
60,0	60,0
80,0	80,0

8.2.2.3 Thêm dung dịch HCl 1 % đến vạch định mức dung tích 100 ml.

8.2.2.3 Đo thang chuẩn trên máy quang kế ngọn lửa với kính lọc kali, hiệu chỉnh máy sao cho đường chuẩn có dạng hàm bậc một (y=ax), hoặc hàm bậc hai ($Y = ax^2+bx$ với R^2 lớn hơn 0,95), lập đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) biểu diễn tương quan giữa số đo trên máy và nồng độ dung dịch tiêu chuẩn kali.

8.2.3 Đo dung dịch mẫu:

8.2.3.1 Tiến hành đo dung dịch mẫu đồng nhất với điều kiện đo dung dịch tiêu chuẩn. Đo khoảng 10 mẫu phải kiểm tra lại thang chuẩn, nếu sai lệch phải hiệu chỉnh máy, lập lại đường chuẩn và đo lại mẫu.

8.2.3.2 Các mẫu có nồng độ kali trong dung dịch A lớn hơn 80 mg K/l phải pha loãng thành dung dịch B có nồng độ trong khoảng từ 40 mg K/l đến 60 mg K/l (theo bảng 2).

Bảng 2- Hướng dẫn pha loãng dung dịch

Hệ số pha loãng	Lượng hút dung dịch cần pha loãng	Lên định mức	Ghi chú
10 lần	10 ml	100 ml	Lượng hút dung dịch cần pha loãng không nên nhỏ hơn 5 ml
5 lần	10 ml	50 ml	
2 lần	10 ml	20 ml	
100 lần	Pha loãng 10 lần, tiếp theo pha loãng 10 lần nữa		

CHÚ Ý: Để khắc phục ảnh hưởng của nồng độ canxi, cần cho thêm dung dịch 0,2 % Cs vào dung dịch mẫu đo theo thể tích tỷ lệ 1 : 1.

8.2.3.3 Căn cứ vào số đo trên máy, hệ số pha loãng và đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) tính ra nồng độ kali trong dung dịch A, suy ra hàm lượng kali trong mẫu.

9 Tính kết quả

9.1 Hàm lượng kali hữu hiệu (% K) theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$\% K = \frac{a \times V \times 100}{1000 \times m \times 1000}$$

Trong đó:

a Nồng độ K trong dung dịch A tính bằng miligam/lít (mg/l);

V Toàn bộ thể tích dung dịch A tính bằng mililít (ml);

m Khối lượng mẫu phân huỷ tính bằng gam (g);

100; 1000 Các hệ số quy đổi.

9.2 Hàm lượng kali theo phần trăm khối lượng qui đổi về K_2O (% K_2O) được tính theo công thức sau:

$$\% K_2O = \% K \times 1,205$$

Trong đó:

1,205 Hệ số quy đổi từ K sang K_2O.

9.3 Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn hơn 5 % so với giá trị trung bình của phép thử thì phải tiến hành lại.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;

b) Đặc điểm nhận dạng mẫu;

c) Kết quả xác định kali hữu hiệu;

d) Những chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.